

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2001-329226

(43)Date of publication of application : 27.11.2001

---

(51)Int.Cl. C09D201/00  
B05D 1/06  
B05D 5/06  
B05D 7/14  
C09C 3/08  
C09C 3/10  
C09D 5/03  
C09D 7/12  
// C09C 1/62

---

(21)Application number : 2000-322965

(71)Applicant : TOYO ALUMINIUM KK

(22)Date of filing : 23.10.2000

(72)Inventor : HASHIZUME YOSHIKI

(30)Priority

Priority number : 2000076891

Priority date : 17.03.2000

Priority country : JP

---

(54) POWDER COATING COMPOSITION, ITS MANUFACTURING METHOD AND METHOD FOR FORMING COATING FILM USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a novel powder coating composition which gives an excellent metallic appearance.

SOLUTION: The powder coating composition is obtained by mixing metal flakes having adsorbed a leafing agent on the surface thereof with a thermosetting resin powder or by bonding metal flakes having adsorbed a leafing agent on the surface thereof to the surface of a thermosetting resin powder.

---

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-329226  
(P2001-329226A)

(43) 公開日 平成13年11月27日 (2001.11.27)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード <sup>*</sup> (参考)
C 0 9 D 201/00		C 0 9 D 201/00	4 D 0 7 5
B 0 5 D 1/06		B 0 5 D 1/06	K 4 J 0 3 7
5/06	1 0 1	5/06	1 0 1 A 4 J 0 3 8
7/14		7/14	Z
C 0 9 C 3/08		C 0 9 C 3/08	
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 8 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-322965(P2000-322965)  
(22) 出願日 平成12年10月23日 (2000.10.23)  
(31) 優先権主張番号 特願2000-76891(P2000-76891)  
(32) 優先日 平成12年3月17日 (2000.3.17)  
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 399054321  
東洋アルミニウム株式会社  
大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号  
(72) 発明者 橋詰 良樹  
大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 東洋アルミニウム株式会社内  
(74) 代理人 100062007  
弁理士 川口 義雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉体塗料組成物及びその製造方法及びそれを用いた塗膜形成方法

(57) 【要約】

【課題】優れたメタリック感を与える新規粉体塗料組成物を提供する。

【解決手段】表面にリーフィング化剤を吸着させた金属フレークを熱硬化性樹脂粉末と混合するか、熱硬化性樹脂粉末の表面に付着させてなる粉体塗料組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面にリーフィング化剤を吸着させた金属フレークと熱硬化性樹脂粉体を混合してなる粉体塗料組成物。

【請求項 2】 熱硬化性樹脂粉体の表面にリーフィング化剤を吸着させた金属フレークを付着させてなる粉体塗料組成物。

【請求項 3】 熱硬化性樹脂粉体 100 重量部に対し、金属フレークが 1 から 20 重量部である請求項 1 または 2 の粉体塗料組成物。

【請求項 4】 リーフィング化剤が脂肪族アルコールの正燐酸モノエステル及び／または正燐酸ジエステルである請求項 1～3 いずれか記載の粉体塗料組成物。

【請求項 5】 リーフィング化剤が炭素数 12～18 の飽和脂肪酸、ポリカルボン酸、及びそれらの塩から成る群から選択される 1 種以上の化合物である請求項 1～3 いずれか記載の粉体塗料組成物。

【請求項 6】 リーフィング化剤として用いる脂肪族アルコールの正燐酸モノエステル及び／または正燐酸ジエステルが炭素数 4～18 の脂肪族アルコールより誘導されたものである請求項 1～4 いずれか記載の粉体塗料組成物。

【請求項 7】 リーフィング化剤の添加量が金属フレーク 100 重量部当たり 0.1～5 重量部である請求項 1～6 いずれか記載の粉体塗料組成物。

【請求項 8】 金属フレークの表面に、金属フレーク 100 重量部当たり 0.1～50 重量部の樹脂層が形成されている請求項 1～7 いずれか記載の粉体塗料組成物。

【請求項 9】 金属フレークと溶剤分からなるペースト状組成物にリーフィング化剤を液状もしくは溶液状態で添加混合した組成物を、分散メディアと共に分散する事により分散メディア表面にペースト状金属フレーク層をコーティングする工程と、該金属フレーク層をコーティングした分散メディアに熱硬化性樹脂粉体を接触させて樹脂粉体表面に金属フレークを転写し付着させる工程と、乾燥により溶剤分を除去する工程からなる請求項 2～8 いずれか記載の粉体塗料組成物の製造方法。

【請求項 10】 請求項 1～8 いずれか記載の粉体塗料組成物を基材に粉体塗装した後、150℃以上の温度で樹脂を硬化させることを特徴とする塗膜形成方法

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の目的】 本発明は、優れたメタリック感を与える粉体塗料組成物およびその製造方法、またそれを使用した塗膜形成方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 粉体塗料は有機溶剤を使用しない低公害型塗料として、自動車、家庭電化製品、建材、玩具等に需要が増加しつつある。しかし、粉体塗料をメタリック塗装仕上げに適用する場合、メタリック顔料を基材に対

し平行に配列させることが困難となるため色調が暗くなり、十分なメタリック感が得られないという問題がある。

【0003】 粉体メタリック塗料として従来開発されているのは、メタリック顔料を溶融法、噴霧乾燥法によりあらかじめ樹脂や着色顔料と十分混練しておく方法（メルトブレンド法）、樹脂粒子と乾燥してパウダー化された金属フレークを混合して塗装するドライブレンド法、ブラシポリッシャー等により粉体塗料樹脂表面にメタリック顔料を付着させる方法（ボンデッド法）等がある。（例えば特開昭51-137725、特公昭57-35214、米国特許4,138,511 等）

メルトブレンド法においては混練工程あるいは粉碎等による粉体塗料の粒度調整工程でメタリック顔料の変形が生じやすく、あまり良好な外観は得られない。さらに、メタリック顔料が粉碎されて活性な表面が露出し、発火、粉塵爆発等の危険性が高くなるという問題もある。

【0004】 ドライブレンド法はメタリック顔料の変形が生じにくく、メルトブレンド法より意匠的には有利であるが、やはりアルミフレークを基材に平行に配向させる事が困難で、十分なメタリック感が得られていない。さらに樹脂粉体と金属フレークの帯電性が異なるため、粉体塗料の仕込み組成と塗装された塗膜の組成が異なるという問題があり、回収された粉体塗料を再使用する事は困難である。

【0005】 ボンデッド法では樹脂の表面にメタリック顔料を付着させているため、塗膜中への金属フレーク導入率が安定しており、基材に付着せずに回収された粉体塗料を再使用できるというメリットがある。また、樹脂表面に沿ってメタリック顔料を配向させることが出来るためメタリック感が得られやすいと言われているが、実際には樹脂表面が必ずしも基材に平行に並ぶわけではなく、十分なメタリック感とは得られていない。

【発明が解決しようとする問題点】 本発明の主な目的は、従来メタリック粉体塗料の欠点であったメタリック感、光輝感、塗膜表面光沢等の外観の問題を解決し、かつ金属フレーク導入率、塗装作業性、回収効率、耐薬品性などの粉体塗料としての基本的要件を満足する粉体塗料組成物を提供しようとするものである。

## 【0006】

【発明の詳細な説明】 本発明の特徴は、表面にリーフィング化剤を吸着させた金属フレークを、ドライブレンド法においては熱硬化性樹脂粉体と混合して、あるいはボンデッド法においては熱硬化性樹脂の表面に付着させて使用する点にある。リーフィング化剤としてはステアリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ラウリン酸等の炭素数 12～18 の飽和脂肪酸や“Solisperse”（製品名：Avecia 社）等のポリカルボン酸やその塩等の分散剤が例示されるが、特に好ましいものは、脂肪族アルコールの正燐酸モノエステル及び／または正燐

酸ジエステルあるいはそれらの混合物である。このようなメタリック粉体塗料組成物を使用することにより、優れたメタリック感あるいは輝度を有する塗膜を得ることができる。また、ボンデッド法として使用した場合には塗膜中への金属フレーク導入率が安定しているため塗料の再使用も可能となることから、塗装コスト、あるいは環境対策の面でも有利である。さらに、従来磷酸エステルを使用することに起因して問題となっていた塗膜剥離の問題も、これを粉体塗装に応用する事により解決できる。

【0007】熱硬化性樹脂としては下記のような樹脂が例示され、これらの熱硬化性樹脂のうち少なくとも1種を用いることが好ましい。これらの樹脂には必要に応じて硬化剤、流動性調整剤、分散剤等が添加されていても良い。

【0008】アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、エポキシ樹脂熱硬化樹脂粉体の平均粒径は5~100 $\mu$ m、より好ましくは15~60 $\mu$ mである。平均粒径が5 $\mu$ m未満では、製造時あるいは粉体塗装時の粉塵爆発の危険性が高くなり、またボンデッド法の場合は金属フレークを表面に付着させることが困難となる。平均粒径が100 $\mu$ mを超える場合は粉体塗装塗膜の表面の平滑性が阻害され、良好な外観が得られない。

【0009】脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステルは下記のような構造を有するもので、

脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル： $R-O-PO(OH)_2$

脂肪族アルコールの正磷酸ジエステル： $(R-O)_2PO(OH)$

具体的には下記のような化合物が例示され、これらのうち少なくとも1種を用いることが望ましい。

【0010】ステアリン酸ホスフェート、ミリスチル酸ホスフェート、パルミチル酸ホスフェート、ラウリン酸ホスフェート、n-デシルアシッドホスフェート、2エチルヘキシルアシッドホスフェート、オレイルアシッドホスフェート、ヘキシルアシッドホスフェート、ブチルアシッドホスフェート。

【0011】これらの化合物は通常、脂肪族アルコールの正磷酸モノエステルと正磷酸ジエステルの混合物として市販されているが、脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル単体、もしくは正磷酸ジエステル単体として使用しても良く、また炭素数の異なるものを混合して使用しても良い。

【0012】このような化合物の金属フレークへの添加は、例えば特開昭58-168663に開示されており、金属顔料の耐薬品性等を改善する効果があるとされているが、通常の塗料にこのような金属フレークを使用すると塗膜物性が著しく低下し、テープ剥離テスト等によって容易

に塗膜の凝集破壊が生じるという問題が有るため、ほとんど実用化されていない。また、得られる金属フレークの耐薬品性も十分なものでは無かった。

【0013】本発明では脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステルを添加した金属フレークを高温で焼き付け塗装する粉体塗料に応用しているため、塗膜物性の低下を抑えることが出来、実用に耐える塗膜を提供することが可能となった。また、金属フレークにあらかじめ樹脂を被覆してから脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステルを添加することにより、さらに塗膜物性を向上させる事が出来る。さらに、脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステルを金属フレークに添加することにより、従来知られていなかった別の目的である粉体塗装塗膜のメタリック感改善にも効果があることが分かった。

【0014】脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステルの原料となる脂肪族アルコールの炭素数は4~18であることが好ましい。炭素数が3以下の場合には十分な色調改善効果が得られず、炭素数が19以上の場合には塗膜の物性が低下し、塗膜の凝集破壊等の問題が生じる。

【0015】金属フレークに対する脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステルの添加量は金属フレーク100重量部当たり0.1~5重量部であることが望ましく、より好ましくは0.2~3重量部である。添加量が0.1重量部未満の場合には十分な色調改善効果が得られない恐れがあり、5重量部を超える場合は塗膜の物性が低下し塗膜の剥離等の問題が生じる恐れがある。

【0016】金属フレークとしてはアルミニウム、銅、亜鉛、鉄、クロム、チタン、ニッケル、あるいはこれらの合金であるブロンズ、ステンレス等が例示される。特にアルミニウムフレークは、耐候性、経済性、塗膜性状等の点で望ましい。良好な塗膜外観を得るための金属フレークの平均粒径は、1~100 $\mu$ m、より好ましくは3~50 $\mu$ m程度、平均厚みは0.01~5 $\mu$ m、より好ましくは0.02~2 $\mu$ mが適当である。金属フレークの表面には脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステル以外の物質、例えば脂肪酸(オレイン酸、ステアリン酸等)、脂肪族アミン、脂肪酸アミド、脂肪族アルコール、エステル化合物等が吸着していてもよい。また、金属フレーク表面に他の着色顔料層や干渉膜等を形成し着色された着色金属フレークを使用しても良い。

【0017】金属フレーク表面には樹脂層が形成されていることが好ましい。この場合は、金属表面の樹脂層に正磷酸モノエステル及び/または正磷酸ジエステルが吸着されていることになる。金属フレーク表面に樹脂層を形成することにより、脂肪族アルコールの正磷酸モノエ

ステル及び／または正磷酸ジエステルの添加効果が大きくなる上に、これを使用して塗装された塗膜の耐薬品性や塗膜物性を向上させることが出来る。樹脂層を形成する方法としては金属フレークを有機溶剤中に分散したスラリーに下記に示されるようなモノマーを添加し、不活性ガス雰囲気中で加熱しながらアゾビスイソブチロニトリル、過酸化ベンゾイル等の重合開始剤を添加することによりモノマーを重合させ金属フレーク表面に重合体を析出させる方法が好ましい。ただし、この方法に限定されるものではない。モノマーとしては下記に例示され、これらのうち少なくとも1種が好適に使用できる。

【0018】(重合性モノマーの例) アクリル酸、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシブチル、アクリル酸2-メトキシエチル、アクリル酸2-ジエチルアミノエチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸オクチル、1, 4ブタンジオールジアクリレート、1, 6ヘキサジオールジアクリレート、1, 9ノナンジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、ペンタエリスリトールリアクリレート、トリスアクリロキシエチルホスフェート、ジトリメチロールプロパントテトラアクリレート、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルトルエン、ジビニルベンゼン、アクリルニトリル、メタクリルニトリル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸、ポリブタジエン、アマニ油、大豆油、エポキシ化大豆油、エポキシ化ポリブタジエン、シクロヘキセンビニルモノオキサイド、ジビニルベンゼンモノオキサイド。

【0019】形成される樹脂層の量は、金属フレーク100重量部当たり0.1~50重量部が望ましく、より好ましくは0.5~40重量部が好適である。0.1重量部未満の場合は、酸性磷酸エステルによる色調改善効果が少ない、塗膜の耐薬品性が不十分となる等の問題が生じる恐れがある。50重量部を超える場合は粉体塗装塗膜のメタリック感あるいは輝度が低下し、塗膜表面の平滑性も悪くなる恐れがある。

【0020】熱硬化性樹脂粉体と混合する、あるいは熱硬化性樹脂粉体に付着させる金属フレークの量は熱硬化性樹脂粉体100重量部当たり1~20重量部が望ましく、より好ましくは2~10重量部である。金属フレークの量が1重量部未満では十分なメタリック感、あるいは輝度が得られない恐れがあり、また基材を隠蔽するために塗膜厚を大きくする必要が出てくる。20重量部を超える場合は、塗膜の光沢が失われ、外観も悪くなる恐

れがある。

【0021】ボンデッド法として使用する場合、脂肪族アルコールの正磷酸モノエステル及び／または正磷酸ジエステルを吸着させた金属フレークを熱硬化樹脂粉体表面に付着させる方法に特に限定はないが、分散装置内において、分散メディアに有機溶剤を含むペースト状金属フレークを被覆させた後、樹脂粉体を接触せしめて樹脂粉体に金属フレークを転写し付着させ、最終的に乾燥させて有機溶剤成分を除去する工程が好ましい。このとき、ペースト状金属フレークに含まれる有機溶剤が樹脂表面を溶解あるいは膨潤させるため、樹脂表面に金属フレークが付着しやすい状態となり確実な付着が達成され、さらに粒子の形状を丸みを帯びた形状にすることができる。

【0022】金属フレークに含まれる有機溶剤は特に限定されないが、炭化水素系溶剤、エステル系溶剤、ケトン系溶剤、アルコール系溶剤、グリコールエーテル系溶剤などが好適に使用される。また、樹脂が水溶性である場合には水を使用しても良い。ペースト状金属フレークに含まれる有機溶剤量は、通常0.5~90%、より好ましくは5~50%である。有機溶剤量が少なすぎると金属フレークを樹脂粒子表面に付着させることが困難となり、多すぎると樹脂粒子同士が固着して大きな塊が出来てしまう。

【0023】使用する分散メディアとしては直径0.5~10mm程度の、スチール、アルミナ、ジルコニア、ガラス等の材質のボールが好ましい。

【0024】使用する装置については特に限定されないが、ボールミル、振動ミル、媒体攪拌ミル等あるいは転動型乾燥機、振動型乾燥機、攪拌型乾燥機等の分散機構を有する乾燥装置が例示される。分散メディアによる分散と真空乾燥が同時に出来る装置が特に好ましい。乾燥条件としては、装置内圧力30Torr以下、温度30~70℃程度が好ましい。圧力が高い場合、温度が低すぎる場合は乾燥効率が悪く、温度が高すぎると樹脂粒子同士が溶融固着して大きな塊が出来てしまう恐れがある。

【0025】本発明による粉体塗料組成物の塗装方法は、あらかじめ表面をブラスト処理、化成処理等により調整した基材に、コロナ放電方式、摩擦帯電方式、その他の粉体塗装方法で塗装し、150℃以上の温度、好ましくは170~230℃で加熱し、1分以上、好ましくは5~30分間硬化させる方法が好適である。加熱温度が低い場合は塗膜の剥離等の問題を生じる。基材としては、鉄板、軟鋼板、アルミ板、その他の金属板が適している。

【0026】

【実施例】(実施例1) 市販のノンリーフィングアルミニウムフレーク(東洋アルミニウム(株) 7640NS 不揮発分: 65%、平均粒径: 15 $\mu$ m、平均厚み: 0.4 $\mu$ )を金属分として100g含むスラリー1

リットルにメタクリル酸メチル 2.5 g、1,6-ヘキサジオールジアクリレート 2.5 g、スチレン 2.5 g、メタクリル酸グリシジル 2.5 g (モノマー合計: アルミニウムフレーク 100 重量部に対し 10 重量部) を添加し、攪拌しながら窒素中で 80℃ で加熱し、重合開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル 0.5 g を添加して 12 時間反応させることによりモノマーを重合させ、アルミニウムフレーク表面に析出させた。処理後スラリーを固液分離し、固形分 80% のペースト状とした。

【0027】得られたペースト状樹脂コート金属フレーク 100 g にステアリン酸シドホスフェート 0.8 g をミネラルスピリット 10 g に溶解して添加、混合した。得られたペースト状組成物 11 g および直径 3 mm のアルミナボール 1000 g を直径 12 cm、長さ 20 cm の円筒状容器に挿入し、回転させることによりアルミナボール表面にペースト状樹脂コートアルミニウムフレークのコーティング層を形成した。その後、この円筒状容器に市販の粉体塗装用熱硬化性ポリエステル樹脂粉体 (久保孝ペイント (株) テオデュール PE785-900) 100 g を添加し、さらに円筒状容器を回転させることにより、熱硬化性樹脂粉体表面にアルミニウムフレークを転写し付着させた。最後に篩によりボールと樹脂を分離してから、40℃ で 2 時間熱風乾燥し、メタリック粉体塗料組成物を得た。なお、上記において、ステアリン酸シドホスフェートに代えてポリカルボン酸 ("Solisperse" #9000) を使用した場合、ステアリン酸を使用した場合 (実施例 27) とほぼ同等の性能の粉体塗料が得られた。

【0028】(実施例 2) 固形分 80% のペースト状樹脂コート金属フレークを得るまでは実施例 1 と同一の工程とした。得られたペースト状樹脂コート金属フレーク 100 g にステアリン酸シドホスフェート 0.8 g をミネラルスピリット 10 g に溶解して添加、混合した後エバポレーターで真空乾燥することによりパウダー化した。

【0029】上記によりパウダー化したアルミニウムフレーク 8 g と粉体塗装用熱硬化性ポリエステル樹脂粉体 (久保孝ペイント (株) テオデュール PE785-900) 100 g を V 型混合機により混合し、メタリック粉体塗料組成物を得た。

【0030】(実施例 3) ノンリーフィングアルミニウムフレーク (東洋アルミニウム (株) 7640NS) 100 g に、ステアリン酸シドホスフェート 0.7 g をミネラルスピリット 5 g に溶解して添加、混合した。得られたペースト状組成物 12 g および直径 3 mm のアルミナボール 1000 g を直径 12 cm、長さ 20 cm の円筒状容器に挿入し、回転 (100 rpm) させることによりアルミナボール表面にペースト状アルミニウムフレークのコーティング層を形成した。その後、こ

の円筒状容器に粉体塗装用熱硬化性ポリエステル樹脂粉体 (久保孝ペイント (株) テオデュール PE785-900) 100 g を添加し、さらに円筒状容器を回転させることにより、熱硬化性樹脂粉体表面にアルミニウムフレークを転写し付着させた。最後に篩によりボールと樹脂を分離してから、40℃ で 2 時間熱風乾燥し、メタリック粉体塗料組成物を得た。

【0031】(実施例 4) ノンリーフィングアルミニウムフレーク (東洋アルミニウム (株) 7640NS) 100 g に、ステアリン酸シドホスフェート 0.7 g をミネラルスピリット 5 g に溶解して添加、混合した。得られたペースト状組成物をエバポレーターで真空乾燥することによりパウダー化したアルミニウムフレーク 8 g と粉体塗装用熱硬化性ポリエステル樹脂粉体 (久保孝ペイント (株) テオデュール PE785-900) 100 g を V 型混合機により混合し、メタリック粉体塗料組成物を得た。

【0032】(実施例 5~30、比較例 1~12) 金属顔料組成物の種類、熱硬化性樹脂粉体の種類と量を表 1 の様に变化させた以外はボンデッド法においては実施例 1, 3 と同様にして、ドライブレンド法においては実施例 2, 4 と同様にして、実施例 5~30、比較例 1~12 のメタリック粉体塗料組成物を作製した。表 1 において 0630M は東洋アルミニウム (株) 製リーフィングアルミペースト (不揮発分 70% 平均粒径 15 μm、平均厚み 1.4 μm)、RE2600 は東洋アルミニウム (株) 製着色アルミペースト (平均粒径 18 μm、平均厚み 1.7 μm) である。

【0033】(テスト) 実施例 1~30、比較例 1~12 で得られた粉体塗料をベースエナメルとしてブリキ板 3 枚に印加電圧 90 kV で静電粉体塗装 (使用機種: 松尾産業 (株) MPSI-C 型) し、2 枚を 180℃ で 20 分間焼き付けた。これらを塗板①、塗板②とする。このときの塗板①、②の塗膜膜厚は 50 μm であった。

【0034】その後、塗板②に該塗板のベースエナメルに使用した樹脂と同じクリアー樹脂粉体をさらに粉体塗装して、再度 180℃ で 20 分間焼き付けた。このときのトップクリアー層の膜厚は 40 μm であった。

【0035】得られた塗板①のメタリック感を、変角測色計 (X-Rite 社製 X-Rite MA68) による入射角 45°、正反射方向からのオフセット角 15° における L 値 (以下 L15 値と呼ぶ) を測定することにより評価した。(L 値が大きい方がメタリック感良好。) また、目視により、塗膜の外観 (ツヤ) と光輝感を 5 段階評価した。(5: 優良、4: 良好、3: 普通、2: 劣る、1: 不良。) さらに、得られた塗板②のトップクリアー層の密着性を JIS K5400 による碁盤目テープ法により 10 段階評価した。このときの評価点は JIS に従い、10 が良好ではがれがなく、0 が 65% 以上のはがれが生じ不良である。

【0036】また、塗板①の塗膜の耐薬品性を JIS K5400 に準拠してテストし、5段階評価を行った。

(5:優良、4:良好、3:普通、2:劣る、1:を不良とする。)テスト液は耐アルカリ性については炭酸ナトリウム5%溶液、耐酸性については5%硫酸溶液とし、テスト時間は共に24時間とした。

【0037】もう1枚については、付着した塗料を焼き付ける前にブリキ板から回収し、空気中800℃で加熱して灰化した後、その中に含まれる金属分をEDTA滴定分析により分析し定量した。分析された金属分(%)を仕込み組成中の金属分(%)で割って百分率で示すことにより、金属フレークの導入率とした。得られた結果\*

\*を表2に示す。

【0038】図1に実施例1で得られた塗板①の断面の顕微鏡写真を示す。同図からアルミフレークは、塗膜内部のみでなく、塗膜表面にも分布し、優れた光輝感に寄与していることが判る。

その他の試験方法:

平均粒径:レーザー回折式粒度分布測定法による

平均厚み:SEM観察写真による実測(任意の10粒子の平均値)

【0039】

【表1】

表1 粉体塗料組成物の構成

	金属原料組成物の種類				樹脂粉体 の種類	Alフレーク対 樹脂粉体 (重量)	ボンデッド 法(B) or ドライブレ ンド法(D)
	原料金属 フレークの種 類(品名)	樹脂コート量 (重量% vs Alフレーク)	リファイグ化剤の種類	リファイグ化 剤添加量 (重量% vs Alフレーク)			
実施例1	764ONS	10	ステアリンアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	7.2/100	B
実施例2	764ONS	10	ステアリンアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	7.2/100	D
実施例3	764ONS	—	ステアリンアジッドホスフェート	1.0	ポリエステル	8.0/100	B
実施例4	764ONS	—	ステアリンアジッドホスフェート	1.0	ポリエステル	7.9/100	D
実施例5	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	7.2/100	B
実施例6	764ONS	10	2-エチルヘキシルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	7.2/100	B
実施例7	764ONS	—	ステアリンアジッドホスフェート	3.0	ポリエステル	7.8/100	B
実施例8	764ONS	10	ブチルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	7.2/100	B
実施例9	764ONS	10	エイコシルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	7.2/100	B
実施例10	0630M	—	ラウリルアジッドホスフェート	1.0	アクリル	4.0/100	B
実施例11	RE2600	—	ラウリルアジッドホスフェート	1.0	ポリエステル	8.0/100	B
実施例12	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	3.3	ポリエステル	7.1/100	B
実施例13	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	6.6	ポリエステル	7.0/100	B
実施例14	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	0.22	ポリエステル	7.3/100	B
実施例15	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	0.08	ポリエステル	7.3/100	B
実施例16	764ONS	0.2	ラウリルアジッドホスフェート	1.0	ポリエステル	8.0/100	B
実施例17	764ONS	0.05	ラウリルアジッドホスフェート	6.0	ポリエステル	7.7/100	B
実施例18	764ONS	30	ラウリルアジッドホスフェート	0.26	ポリエステル	6.1/100	B
実施例19	764ONS	60	ラウリルアジッドホスフェート	0.08	ポリエステル	5.0/100	B
実施例20	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	1.1	アクリル	7.2/100	B
実施例21	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	1.1	ポリウレタン	7.2/100	B
実施例22	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	3.6/100	B
実施例23	0630M	—	ラウリルアジッドホスフェート	1.0	ポリエステル	0.5/100	B
実施例24	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	13.5/100	B
実施例25	764ONS	10	ラウリルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	22.6/100	B
実施例26	764ONS	10	2-エチルヘキシルアジッドホスフェート	1.1	アクリル	7.2/100	D
実施例27	764ONS	10	ステアリン酸	3.3	ポリエステル	7.1/100	D
実施例28	764ONS	10	ブチルアジッドホスフェート	1.1	ポリエステル	18.0/100	D
実施例29	RE2600	—	ラウリルアジッドホスフェート	1.0	ポリウレタン	7.9/100	D
実施例30	0630M	—	ラウリルアジッドホスフェート	1.0	ポリエステル	7.9/100	D
比較例1	764ONS	—	—	—	ポリエステル	8.0/100	B
比較例2	764ONS	—	—	—	ポリエステル	8.0/100	D
比較例3	764ONS	10	—	—	ポリエステル	8.0/100	B
比較例4	764ONS	10	—	—	ポリエステル	7.3/100	D
比較例5	764ONS	10	—	—	アクリル	8.0/100	B
比較例6	764ONS	10	—	—	アクリル	7.3/100	D
比較例7	764ONS	10	—	—	ポリウレタン	8.0/100	B
比較例8	764ONS	10	—	—	ポリウレタン	7.3/100	D
比較例9	RE2600	—	—	—	ポリエステル	8.0/100	B
比較例10	RE2600	—	—	—	ポリエステル	7.3/100	D
比較例11	0630M	—	—	—	アクリル	4/100	B
比較例12	0630M	—	—	—	アクリル	3.6/100	D

【0040】

【表2】

表2 粉体塗料の評価結果

	L15値	目視評価		密着性	塗膜耐薬品性		金属フル 導入率 (%)
		外観	光輝感		耐アルカリ	耐酸性	
実施例1	179	5	5	10	5	5	100
実施例2	210	5	5	10	5	5	66
実施例3	145	5	3	10	3	4	98
実施例4	123	5	3	10	3	4	52
実施例5	177	5	5	10	5	5	99
実施例6	165	5	4	10	5	5	99
実施例7	170	5	5	8	3	4	97
実施例8	140	5	3	10	5	5	100
実施例9	175	5	5	8	5	5	100
実施例10	160	5	5	8	3	4	96
実施例11	97	5	5	10	5	5	100
実施例12	186	5	5	9	5	5	99
実施例13	185	5	5	6	5	5	100
実施例14	150	5	4	10	5	5	100
実施例15	145	5	3	10	5	5	99
実施例16	152	5	4	10	4	5	98
実施例17	144	5	3	9	3	4	97
実施例18	169	5	4	10	5	5	100
実施例19	152	5	3	10	5	5	100
実施例20	116	5	3	10	5	5	99
実施例21	181	5	5	10	5	5	98
実施例22	101	5	3	10	5	5	100
実施例23	137	5	3	10	5	5	99
実施例24	187	5	5	9	4	5	97
実施例25	184	5	5	8	3	5	98
実施例26	191	5	4	10	5	5	54
実施例27	175	4	4	8	5	5	48
実施例28	155	5	4	10	4	5	45
実施例29	105	5	5	10	5	5	74
実施例30	169	5	3	10	3	5	65
比較例1	105	5	2	8	2	5	90
比較例2	67	3	1	8	2	3	30
比較例3	112	5	3	10	5	5	99
比較例4	135	4	4	10	5	5	51
比較例5	75	5	2	10	5	5	100
比較例6	81	4	2	10	5	5	49
比較例7	72	5	2	10	5	5	99
比較例8	90	4	3	10	5	5	51
比較例9	65	5	2	10	5	5	99
比較例10	78	4	3	10	5	5	59
比較例11	103	5	3	6	2	3	91
比較例12	121	3	4	8	2	3	63

【0041】（実施例31）実施例3で得られた粉体塗料組成物を静電粉体塗装し、160℃で20分間焼き付けた。その後、該塗板に使用した樹脂と同じクリヤー樹脂粉体をさらに粉体塗装して、再度160℃で20分間焼き付けた。

【0042】（比較例13）実施例3で得られた粉体塗料組成物を静電粉体塗装し、140℃で20分間焼き付けた。その後、該塗板に使用した樹脂と同じクリヤー樹脂粉体をさらに粉体塗装して、再度140℃で20分間焼き付けた。

【0043】（比較例14）実施例1で得られた粉体塗

40 料組成物を静電粉体塗装し、140℃で20分間焼き付けた。その後、該塗板に使用した樹脂と同じクリヤー樹脂粉体をさらに粉体塗装して、再度140℃で20分間焼き付けた。

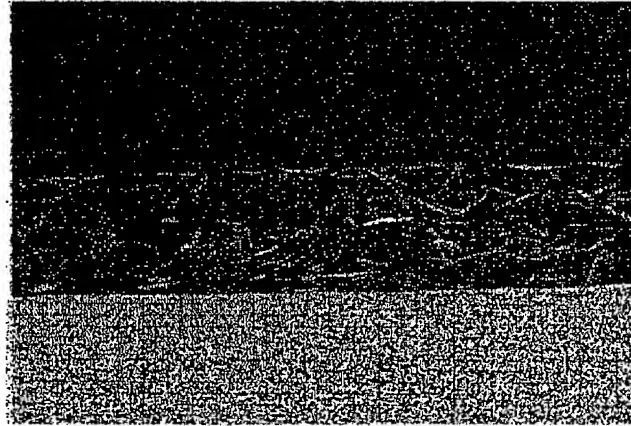
【0044】実施例31、比較例13、比較例14で得られた塗板の基盤目テープ法による剥離テストの結果は、それぞれ評価点8、3、3であった。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で得られた塗板①の断面を示す顕微鏡写真（400倍）である。



【図 1】



BEST AVAILABLE COPY

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7	識別記号	F I	テ-マ-コ-ト (参考)
C O 9 C	3/10	C O 9 C	3/10
C O 9 D	5/03	C O 9 D	5/03
	7/12		7/12
// C O 9 C	1/62	C O 9 C	1/62

F タ-ム (参考) 4D075 AC19 BB21Z CB13 DB01  
 EA02 EA19 EC07 EC10 EC23  
 EC54  
 4J037 AA04 CB09 CB22 DD10 EE02  
 EE28 FF09 FF25  
 4J038 BA202 CA022 CC022 CC072  
 CF012 CF022 CG001 CG032  
 CG072 CG142 CG162 CH032  
 CH042 CH072 CH122 CH142  
 CH202 CR072 DB001 DB202  
 DB242 DD001 DG001 HA066  
 JA38 JA39 JA41 JA43 JC24  
 KA07 KA15 KA20 LA02 LA07  
 MA03 NA01 PA02 PA19 PB02  
 PB05 PB07 PB09 PC02